

Bibliographic Information

Preparation of 2-(nitroimino)imidazolidine as insecticides. Shiokawa, Kozo; Tamura, Tatsuo; Moriie, Koichi; Shibuya, Katsuhiko. (Nihon Tokushu Noyaku Seizo K. K., Japan). Jpn. Kokai Tokkyo Koho (1990), 4 pp. CODEN: JKXXAF JP 02207083 A2 19900816 Heisei. Patent written in Japanese. Application: JP 89-24782 19890204. CAN 114:62097 AN 1991:62097 CAPLUS (Copyright 2004 ACS on SciFinder (R))

Patent Family Information

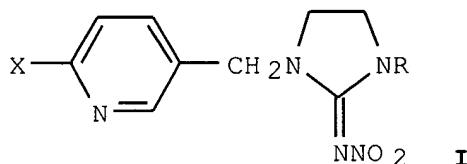
<u>Patent No.</u>	<u>Kind</u>	<u>Date</u>	<u>Application No.</u>	<u>Date</u>
JP 02207083	A2	19900816	JP 1989-24782	19890204
JP 2822050	B2	19981105		

Priority Application

JP 1989-24782 19890204

Abstract

The title compds. I [R = (substituted) alkyl, (halo)alkenyl, alkynyl, aralkyl, arom. heterocyclmethyl; X = halo, alkyl], useful as insecticides (no data), are prepnd. by alkylation of I (R = H) with RM (R = defined in the first compds.; M = halo, OSO₂T; T = Me, OMe, Ph, p-tolyl) in presence of bases and phase-transfer catalysts in inert solvents. Thus, a soln. contg. I (R = H, X = Cl), PhCH₂N+Et₃Cl-, and KOH in CH₂Cl₂ was treated dropwise with (MeO)₂SO₂ at 6-13° over 1 h and stirred 3 h at 6-13° to give 82% I (R = Me, X = Cl).



THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑫ 公開特許公報 (A) 平2-207083

⑬ Int. Cl.⁵
C 07 D 401/06識別記号 庁内整理番号
6742-4C

⑭ 公開 平成2年(1990)8月16日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 2-ニトロイミノイミダゾリジン類の製法

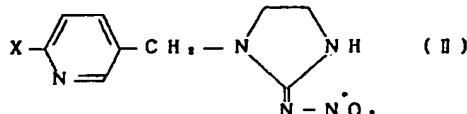
⑯ 特願 平1-24782
⑰ 出願 平1(1989)2月4日

⑮ 発明者 塩川 紘三 神奈川県川崎市多摩区宿河原2-23-30
 ⑮ 発明者 田村 達雄 東京都西多摩郡羽村町羽中1-7-30
 ⑮ 発明者 盛家 晃一 東京都台東区上野5-7-11
 ⑮ 発明者 渋谷 克彦 東京都八王子市並木町39-15
 ⑮ 出願人 日本特殊農薬製造株式 東京都中央区日本橋本町2丁目7番1号
 会社
 ⑮ 代理人 弁理士 川原田 一穂

明細書

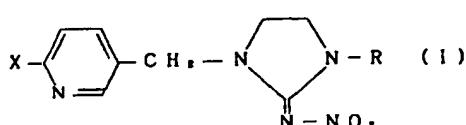
1. 発明の名称

2-ニトロイミノイミダゾリジン類の製法



2. 特許請求の範囲

式:



(式中、Xはハロゲン原子又はアルキル基を示し、
そして

Rはアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、
ハロアルキル基、ハロアルケニル基、アルコキ
シアルキル基、アルキルチオアルキル基、アラ
ルキル基又は芳香族ヘテロ環式基と結合したメ
チル基を示す。)

で表わされる2-ニトロイミノイミダゾリジン類
を製造するに、

式:

(式中、Xは前記と同じ。)

で表わされる化合物と、

式:



(式中、Rは前記と同じ、そして

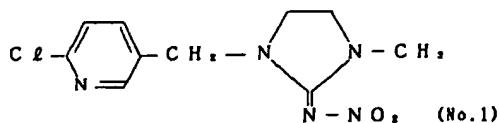
Mはハロゲン原子又は-OSO₃Tを示し、こ
こで

Tはメチル、メトキシ、フェニル又はp-トリ
ルを示す。)

で表わされるアルキル化剤とを、塩基及び相間移動
触媒の存在下、不活性溶媒中で反応させることを
特徴とする、上記式(I)の2-ニトロイミノイ
ミダゾリジン類の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

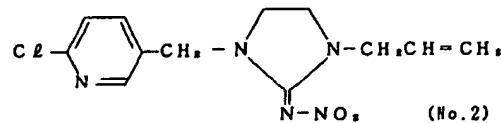
本発明は2-ニトロイミノイミダゾリジン類の
製法に関する。



1-(2-クロロ-5-ピリジルメチル)-2-

-ニトロイミノイミダゾリジン (255.5 g) を、塩化メチレン (1.5 l) に加える。この溶液にトリエチルベンジルアンモニウムクロライド (11.4 g) と水酸化カリウム (85.6 g) を加え、室温で30分攪拌すると、均一な溶液となる。反応フラスコを氷浴中で冷却しながら、6~13℃でジメチル硫酸 150 g を1時間にわたって滴下する。その後、6~13℃で3時間攪拌する。塩化メチレン層を分液後、1% 塩酸水溶液、水で洗い無水硫酸ナトリウムで乾燥する。減圧下に塩化メチレンを留去し、残渣をエタノールより再結晶すると、目的の mp. 107.5~108.5℃の 1-(2-クロロ-5-ピリジルメチル)-3-メチル-2-ニトロイミノイミダゾリジン (222 g) が得られる。収率 82%。

実施例 2



1-(2-クロロ-5-ピリジルメチル)-2-

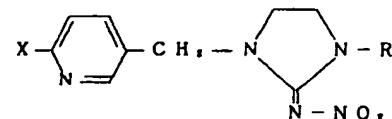
-ニトロイミノイミダゾリジン (255.5 g) を、塩化メチレン (1.5 l) に加える。この溶液にトリエチルベンジルアンモニウムクロライド (11.4 g) と水酸化カリウム (85.6 g) を加え、室温で30分攪拌すると、均一な溶液となる。反応フラスコを氷浴中で8~15℃に冷却しながら、アリルプロマイド (140 g) を2時間にわたって滴下する。その後15℃で8時間攪拌する。内容物を水に注ぎ、塩化メチレン層を分液後、1% 塩酸水溶液、水で洗い、無水硫酸ナトリウムで乾燥する。減圧下に塩化メチレンを留去し、残渣をエタノールより再結晶すると、目的の mp. 103~105℃の 1-アリル-3-(2-クロロ-5-ピリジルメチル)-2-ニトロイミノイミダゾリ

ジン (201 g) が得られる。収率 68%。

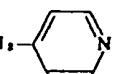
上記実施例 1 及び 2 と同様の方法に従って得られる式 (1) の化合物を下記表に示す。

(以下余白)

第 1 表



化合物 No.	X	R	mp.
3	Cl	-C ₂ H ₅	98~101℃
4	Cl	-C ₂ H ₅ -n	n ²⁵ 1.5795
5	Cl	-C ₂ H ₅ -iso	mp. 138~142℃
6	Cl	-C ₂ H ₅ -n	n ²⁵ 1.5820
7	Cl	-C ₂ H ₅ -n	mp. 59~62℃
8	Cl	-C ₂ H ₅ -n	n ²⁵ 1.5540
9	Cl	-CH ₂ C≡CH	mp. 101~102℃
10	Cl	-CH ₂ -	mp. 126~128℃
11	Cl	-CH ₂ -	143~144℃
12	Cl	-CH ₂ -	143~144℃

化合物No	X	R	
13	Cl	-CH ₂ - 	mp. 146~148°C
14	Cl	-CH ₂ - 	mp. 128~131°C
15	Cl	-CH ₂ OCH ₃	
16	Cl	-CH ₂ CH ₂ Cl	
17	CH ₃	CH ₃	
18	CH ₃	CH ₂ CH ₃	